

© 2002 MicroPatent

## MicroPatent<sup>®</sup> MPI Legal Status Report (Single Patent)

### 1. JP56095938A 19810803 PRODUCTION OF POLYOLEFIN COMPOSITION

**Assignee/Applicant:** DAINICHI NIPPON CABLES LTD

**Inventor(s) :** FUJITA TOSHINORI ; OSHIMA TADASHI

**Priority (No,Kind,Date) :** JP17187779 A 19791229 X

**Application(No,Kind,Date):** JP17187779 A 19791229

**IPC:** C 08L 23/00 A

**Language of Document:** NotAvailable

**Abstract:**

**PURPOSE:** To obtain the titled compsn. which excels in extrusion processability and produces an extrudate having excellent appearance and mechanical characteristics, by a method wherein polyolefin particles are previously mixed with a plasticizer, a solid compounding additives are added to the mixt., and then the resulting mixt. is stirred at high speed.

**CONSTITUTION:** Polyolefin particles (e.g. poly-4-methylpentene-1) are mixed with a plasticizer (e.g. an olefin oligomer) by a high-speed stirrer to such an extent that the surfaces of the particles are wetted by the plasticizer, but there are no lumps of the plasticizer in a mixer. Solid compounding additives (e.g. a flame retarder and a filler) are added to the mixt. The resulting mixt. This resulting mixt. is stirred at high speed, while, if necessary, heating the mixt. within a temperature range within which the polyolefin particles can keep their particle form, to obtain the polyolefin particles into which the plasticizer and the compounding additives are diffused and penetrated. The particles as such are fed to a kneading stage, and then molded and worked.

**Legal Status:** There is no Legal Status information available for this patent

---

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—95938

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 08 L 23/00

識別記号

庁内整理番号  
6779—4J

⑯ 公開 昭和56年(1981)8月3日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑭ ポリオレフィン組成物の製造方法

⑰ 発明者 尾島正

尾島市東向島西之町8番地大日

日本電線株式会社内

⑱ 特 願 昭54—171877

⑲ 出 願 昭54(1979)12月29日

⑳ 出 願 人 大日日本電線株式会社

㉑ 発 明 者 藤田俊徳

尾島市東向島西之町8番地大日

日本電線株式会社内

㉒ 代 理 人 弁理士 深見久郎

明 細 書

1、発明の名称

ポリオレフィン組成物の製造方法

2、特許請求の範囲

(1) ポリオレフィンの粒子と可塑剤とを混合し、該粒子の表面は可塑剤により濡れているが混合容器内には可塑剤の溜りのない状態にもたらす第1の工程、および

第1の工程によつて得られる混合物に固体の配合剤を添加して高速攪拌し、可塑剤と固体配合剤とを含むポリオレフィン粒子を得る第2の工程とからなることを特徴とするポリオレフィン組成物の製造方法。

(2) ポリオレフィンが、ポリ-4-メチルペンテン-1であり、

可塑剤が、オレフィンオリゴマーである特許請求の範囲第(1)項記載のポリオレフィン組成物の製造方法。

(3) 固体の配合剤が、難燃剤である特許請求の範囲第(1)項または第(2)項記載のポリオレフィン組

(1)

成物の製造方法。

(4) 第2工程を、150℃～210℃の高温で行なう特許請求の範囲第(2)項記載のポリオレフィン組成物の製造方法。

3、発明の詳細な説明

この発明は、可塑剤と固体の配合剤とを含むポリオレフィン組成物の新規な製造方法に関する。

難燃剤、充填剤、カーボンブラック等の配合剤を、ポリオレフィンに配合することは、ポリオレフィンの工業的用途を拡大するうえで極めて重要である。ところで、それら配合剤は固体のものが多く、固体の配合剤を多量に含むポリオレフィンは、概して機械的特性、特に可撓性が乏しいことから、可塑剤を併用して機械的特性の低下を防止する試みがなされている。

米国特許第4,166,057号明細書から、ポリ-4-メチルペンテン-1と可塑剤としてのオレフィンオリゴマーと各種の固体配合剤とを高速攪拌機を用いて混合する方法が公知である。しかしながら、その混合方法では、混合の初期に可塑剤と固

(2)

体配合剤との混合物が生じ、次いで該混合物が徐々にポリオレフィンに拡散する過程を経て、最終組成物に至るので、混合に比較的長時間を要する欠点のほか、固体配合剤の分散不良のためと考えられるが、得られた組成物の押出加工性にやや問題があり、押出物の外観、機械的特性が充分でない場合がたびたびある。

この発明は、上記の問題が解決された新規な製造方法を提案するものであつて、その要旨とするところは、ポリオレフィンの粒子と可塑剤とを混合し、該粒子の表面は可塑剤により濡れているが、混合容器内には可塑剤の溜りのない状態にもたらず第1工程と、第1工程によつて得られる混合物に固体の配合剤を添加して高速撈拌し、可塑剤と固体配合剤とを含むポリオレフィン粒子を得る第2工程とからなることを特徴とする方法である。

この発明におけるポリオレフィンとしては、エチレン、プロピレン、ブテン-1、4-メチルペンテン-1等のオレフィンのホモポリマー類、コポリマー類、たとえば、低密度ないし高密度のポリ

(3)

燃剤、金属不活性化剤、老化防止剤、着色剤、紫外線吸収剤、電圧安定剤、無機または有機の充填剤、カーボンブラック等のうち、常温において、あるいはポリオレフィンの融点近傍の高温において固体であるものを対象となし得る。以下に、この発明において特に好適な固体の配合剤を例示する。

#### 難燃剤：

三酸化アンチモン；二酸化アンチモン；三酸化モリブデン；硼酸亜鉛；水酸化アルミニウム；珪酸ジルコニウム；臭化アンモニウム；リン酸アンモニウム；硫酸アンモニウム；塩化アンモニウム；重炭酸ソーダ等の無機難燃剤類、パークロルペンタシクロデカン；デカプロモジフェニルオキサイド；2,2-ビス(4-ヒドロキシエトキシ-3,5-ジプロモフェニル)プロパン；デカプロモジフェニル；ペンタプロモトルエン；テトラプロモビスフェノールA等のハロゲン化合物類等の有機難燃剤類である。

特に好ましい難燃剤は、リンの含有量が少なく

(5)

エチレン、シロキサン変性の水架橋可能なポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン-1、ポリ-4-メチルペンテン-1、エチレン-プロピレン共重合体等の他、オレフィンと他のモノマーとのコポリマー類、たとえば、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-エチルアクリレート共重合体等、ならびに、それらポリオレフィンの2種以上の混合物が対象となる。就中、密度0.95以上の高密度ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン-1、ポリ-4-メチルペンテン-1等の高融点のもの、特に、ポリ-4-メチルペンテン-1が好対象である。米国特許第4,166,057号明細書、特開昭53-110085号等に示されたポリ-4-メチルペンテン-1も好適なものとして使用し得る。これらポリオレフィン、直径約1mm~10mm程度の大きさの粒子、あるいは、それと同じ程度の大きさの疑似球形状、角状の粒子として、この発明の実施に供される。

この発明においては、ポリオレフィン類の配合剤として一般に知られている薬剤、たとえば、難

(4)

とも5重量%、またはハロゲン元素の含有量が少なくとも50重量%の有機難燃剤、たとえば、デカプロモジフェニルオキサイド、テトラプロモビスフェノールA、テトラプロモビスフェノールS等である。「デクロランプラス」なる商品名で知られるHooker Chem.社の難燃剤も好ましいものの1つである。

この発明においては、難燃剤の1種または2種以上が用いられ、特に、上記した無機難燃剤と有機難燃剤との併用が好ましい。難燃剤の使用量は、ポリオレフィン100重量部あたり、約5~約200重量部、好ましくは、約10~約100重量部が適当である。

#### 老化防止剤：

分子中に少なくとも1個のヒンダード・フェノール基を有し、かつ約220℃以上の分解温度を有するヒンダード・フェノール系老化防止剤である。特に分解温度が約250℃以上のものが好ましい。

老化防止剤の例を挙げると、4,4'-ブチリデ

(6)

ンビス(3-メチル-6-tert-ブチルフェノール)  
 ;テトラキス[メチレン-3(3,5-ジ-tert-  
 ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネー  
 ト]メタン;1,1,3-トリス(2-メチル-4-  
 ヒドロキシ-5-tert-ブチルフェニル)ブタン  
 ;2,2'-メチレン-ビス(4-メチル-6-tert-  
 ブチルフェノール);および少なくとも1個の  
 ヒンダード・フェノール基と少なくとも1個のホ  
 スファイト基とを有するヒンダード・フェノール  
 ホスファイト類、たとえば、ヘキサメチレン-1,  
 6-ジオールビス{4-[1-(4-ヒドロキシ  
 -3-tert-ブチル-6-メチルフェニル)ブチル]  
 -2-メチル-5-tert-ブチルフェニル]-4-  
 n-オクチルフェニル}ホスファイト(以下、  
 HMDOPと略す。)等である。HMDOPまたは  
 HMDOPと少なくとも1種の他の上記したヒンダ  
 ード・フェノール系老化防止剤との組合せが最も  
 好ましい。その場合、他のヒンダード・フェノ  
 ール系老化防止剤 1重量部あたり、HMDOPの量  
 は約0.5~約2重量部である。上記HMDOPまた

(7)

例を挙げると、3-(N-サリチロイル)アミ  
 ノ-1,2,4-トリアゾール;3-(N-2-ヒ  
 ドロキシ-5-tert-オクチル-ベンゾイル)アミ  
 ノ-1,2,4-トリアゾール;3-(N-2-メ  
 トキシベンゾイル)アミノ-1,2,4-トリアゾ  
 ール等である。

この発明において、上記金属不活性化剤の使用  
 量は、ポリオレフィン 100重量部あたり、約  
 0.05~約5重量部である。

#### 着色剤:

酸化チタン、カドミウム赤、カドミウム黄、コ  
 バルト緑、コバルト青、等の無機着色剤、キナク  
 リドン・レッド、フタロシアニンブルー、フタロ  
 シアニングリーン、等の耐熱性有機着色剤である。

着色剤の使用量は、ポリオレフィン 100重  
 量部あたり、約0.05~約5重量部であり、好ま  
 しくは約0.1~約3.0重量部である。

#### 紫外線吸収剤:

2(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-tert-ブチル  
 フェニル)-5-クロロ-ベンゾトリアゾール;

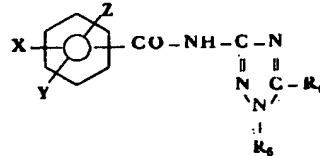
(9)

はHMDOPとの組合せの老化防止剤は、難燃剤を  
 配合したこの発明の組成物に適用して特に好まし  
 い。

老化防止剤の適当な使用量は、ポリオレフィン  
 100重量部あたり、約0.05~約5重量部、特  
 に約0.1~約3重量部である。

#### 金属不活性化剤:

次の一般式で表わされる3-(N-ベンゾイル)  
 アミノ-1,2,4-トリアゾール類が好ましい。



(ここで、X, Y, Zは、互に同じもの、または  
 別のものであつて、水素原子、水酸基、アルコキ  
 シ基、直鎖または側鎖を有するアルキル基であり、  
 R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>は互に同じもの、または別のものであつて、  
 水素原子、アルキル基、アルコキシカルボキシア  
 ルキル基である。X, Y, Z, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>において、上記  
 有機基は、炭素数20以下のものが好ましい。) )

(8)

2-(3',5'-ジ-tert-ブチル-2-ヒドロキシ  
 フェニル)-ベンゾトリアゾール;2-(3',5'  
 -アルキル-2'-ヒドロキシフェニル)-ベンゾ  
 トリアゾール;[2,2'-チオビス(4-tert-  
 オクチルフェノレート)]-2-エチルヘキシルア  
 ミン-ニツケル-III;2-(2'-ヒドロキシ-3'  
 -tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロ  
 ロー-ベンゾトリアゾール;2-(2'-ヒドロキシ  
 -5'-メチルフェニル)-ベンゾトリアゾール等  
 である。

紫外線吸収剤の使用量は、ポリオレフィン  
 100重量部あたり、約0.05~約5重量部であ  
 り、好ましくは約0.1~約3重量部である。

#### 電圧安定剤:

ジフェニル-p-フェニレンジアミン、8-ヒ  
 ドロキシキノリン、フェロセン、8-ヒドロキシ  
 キナルジン等である。

電圧安定剤の使用量は、ポリオレフィン 100  
 重量部あたり、約0.05~約5重量部であり、好  
 ましくは約0.3~約1.0重量部である。

00

充填剤：

炭酸カルシウム，珪酸アルミニウム，タルク，クレイ，アルミナホワイト，硫酸アルミニウム，リン鉄，グラファイト，ガラス繊維，酸化鉛等である。

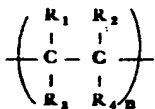
充填剤の使用量は、ポリオレフィン 100重量部あたり、約5～約200重量部、好ましくは約10～約100重量部である。

カーボンブラック：

チャンネルブラック，アセチレンブラック，フーネスブラック，ケツチエンブラック等である。

カーボンブラックの使用量は、ポリオレフィン100重量部あたり、約5～約100重量部である。

この発明において、可塑剤としては、SP値にして、7～10程度の常温で液体のものが用いられ、たとえば、一般式：



(11)

オレフィンオリゴマーは、揮発性が高く、一方、分子量過大のものは、可塑化効果が乏しいので、分子量100～5,000のもの、好ましくは300～1,000のものが適当である。

この発明においては、第1の工程で、ポリオレフィンの粒子と可塑剤とが、まず混合される。この混合において、可塑剤はポリオレフィン粒子の全表面を濡らすに必要な量以上、かつポリオレフィン100重量部あたり、約30重量部以下、好ましくはポリオレフィン100重量部あたり、約1～約20重量部程度使用され、かつ可塑剤の使用量がポリオレフィン粒子の全表面を濡らすに足る量以上の多量で使用されているときは、混合を充分に行なつて、大部分の可塑剤はポリオレフィン粒子の内部に拡散・滲透させ、混合容器中に可塑剤の溜りをほぼなくすることが肝要である。

可塑剤の溜りをなくする理由は、可塑剤の溜りがある状態で固体の配合剤を添加して混合すると、可塑剤と固体配合剤との塊りが生じて、前記公知混合方法について説明したような問題が生じるか

03

(式中、 $R_1, R_2, R_3, R_4$  は、互に同じ、または異なるもので、水素原子または炭素数18以下の直鎖の、または側鎖を有するアルキル基) で表わされるオレフィンオリゴマー類が例示し得る。

上記オリゴマーとしては、具体的には、炭素数2～約20のオレフィン、たとえば、ブテン、 $\alpha$ -オクテン、 $\alpha$ -ノネン、 $\alpha$ -デセン、 $\alpha$ -ウンデセン、 $\alpha$ -ドデセン等の1種または2種以上を、たとえば石川淳二監修「オリゴマーハンドブック」化学工業日報社、東京、(1977年)に記載されている方法により、チーグラ触媒、フリーデルクラフツ触媒等を用いるオリゴメリゼーションにより製造されたものが用いられる。オレフィンオリゴマーとして好ましいものは、炭素数3～12のオレフィンをモノマーとしてオリゴメリゼーションしたものであつて、就中、炭素数6～12、特に8～12の $\alpha$ -オレフィンからなるオリゴマー、あるいはブテン異性体の混合物からなるオリゴマーすなわちポリブテンである。分子量過小の

(12)

らである。

なお、この発明においては、たとえ可塑剤と固体配合剤との混合物が生じることがあつても、その混合物の生成量が少量であり、この発明の効果を実質損うことのないときは、このような少程度の可塑剤の溜りは許容できる。

可塑剤の使用量が、ポリオレフィン粒子の全表面のみを濡らす程度の少量であるとき、第1の工程は常温で簡単な操作によりポリオレフィン粒子の全表面が可塑剤でおおわれたと判断した段階で該工程を終了して第2の工程に移つてよい。一方、可塑剤の使用量が、上記量より多い場合は、大部分の可塑剤はポリオレフィンの粒子中に拡散・滲透させる必要があり、その方法としては、たとえば、ポリオレフィン粒子と可塑剤とを、ポリオレフィンの融点以下の可及的高温度に保持し、攪拌しつつ、あるいは静止状態でポリオレフィン粒子中における可塑剤の濃度差を利用して自然拡散により滲透させる方法、あるいは、ポリオレフィン粒子と可塑剤とを、特公昭52-21009号明細書に

04

示されたような高速攪拌機にて高速攪拌し、強制的に可塑剤をポリオレフィン粒子中に拡散・滲透させる等の方法、あるいは、その他任意の方法によつてもよい。

上記高速攪拌の場合、高温度で行なう程、可塑剤の拡散・滲透速度が速く、短時間で混合することができる。高速攪拌により粒子同士の衝突時の摩擦熱で粒子の温度が上昇するが、所望の高温度にするために混合容器を外部からさらに加熱してもよい。しかしながら、ポリオレフィン粒子が熔融変形することのない温度範囲に保持することが肝要である。混合中の粒子温度は、たとえばポリ-4-メチルペンテン-1の場合は約100~約210℃、ポリブテン-1の場合は約50~約110℃、ポリプロピレンの場合は約60~約150℃、ポリエチレンの場合は約40~約80℃、程度がそれぞれ適当である。また、混合速度が速い程、可塑剤の拡散・滲透が速くなる傾向にあり、上記の高速攪拌機を用いる場合は、回転羽根の周速40~100m/秒程度での混合が適し

05

まで得られる限り、常温ないし所望の高温度において操業を行なつてよく、操業短縮の観点からポリオレフィンが粒子状の形態を保持し得て、かつポリオレフィン粒子の熱劣化、固体配合剤の熱劣化、熱分解等が生じない範囲で可及的高温度で行なうのがよい。代表的なポリオレフィンについては、ポリ-4-メチルペンテン-1の場合は100~210℃、好ましくは130~170℃、ポリブテン-1の場合は50~110℃、好ましくは70~90℃、ポリプロピレンの場合は60~150℃、好ましくは100~140℃、ポリエチレンの場合は40~90℃、好ましくは50~80℃である。

高温度で第2の工程を行なうにあたり、予め外部加熱（たとえば、電熱や蒸気による加熱）により上記の高温度に保持した混合容器中にて、可塑剤の付着したポリオレフィン粒子を上記の高温度にもたらしながら、高速攪拌を行なうとよい。この観点から、第1の工程を高温度にて高速攪拌機を用いて行ない、固体配合剤添加のあと、ひき続

07

ている。可塑剤を多量に使用する場合、第1の工程は、混合容器内に可塑剤の溜りがないか、または實際上第2の工程での混合に支障がない程度に減少して、かつポリオレフィン粒子の表面が可塑剤で濡れている状態に至ったときに終了する。

第1の工程における混合の他の態様として、常温または適当な高温度に保持した可塑剤浴中に、ポリオレフィン粒子を長時間浸漬して、自然拡散により可塑剤を粒子中に滲透させ、この一定時間の浸漬のあと、粒子を浴よりひき上げて、過剰に付着する可塑剤を十分に滴下させて、第2の工程に供給する方法によつてもよい。

この発明の第2の工程において、前記第1の工程から得られたポリオレフィン粒子は、前記の固体の配合剤の所望量が添加され、高速攪拌される。

高速攪拌の条件・方法は、前記した第1の工程において高速攪拌による可塑剤とポリオレフィン粒子との混合の場合と本質的に変わりはない。而して、第2の工程終了時点で可塑剤と固体配合剤とが拡散・滲透したポリオレフィンが粒子状のま

09

き同じ高速攪拌機により第2の工程を行なうと、省力の点で、また省エネルギーの点で有利となる。

特公昭52-21009号明細書に示された高速攪拌機を用いる場合、該攪拌機の回転羽根の周速が40~100m/分程度となる高速攪拌を行なうのが好ましい。

このような高速攪拌により、固体配合剤はポリオレフィン粒子の表面に存在する可塑剤に一旦付着し、次いで可塑剤とともに粒子内に拡散・滲透していき、ついにはポリオレフィン粒子の表面が乾燥状態となる。その時点で第2の工程を完了してよい。なお、第2の工程の終わり近くになり、ポリオレフィン粒子表面が次第に乾燥し始めると、高速攪拌機の回転羽根とポリオレフィン粒子との摩擦抵抗が増大し、このため回転負荷電流が増大し、ポリオレフィン粒子が完全にサラサラ状となったとき、負荷電流は急上昇するので、第2の工程の終点は、この負荷電流の急上昇から容易に知ることができる。

なお、第2の工程の終了を上記負荷電流の急変

08

化から検出し、直ちに攪拌機のスイッチを切つても、回転羽根は慣性により暫時回転のち停止するが、混合終了後の乾燥したポリオレフィン粒子同士の摩擦抵抗は大きく、粒子同士の衝突により、ポリオレフィン粒子の表面が砕けて粉末が生じる。このような粉末は、粒子と比較して、取扱いがやや厄介であるので、粉末発生量をできるだけ抑えることが望ましい。このため、第2の工程においては、混合の終局段階に到つた時点で、高速攪拌機から低速攪拌、たとえば回転羽根の周速として15~5m/分に切換えることが望ましい。高速攪拌から低速攪拌への切換時点は、たとえば負荷電流の上昇が顕著となり始める時点である。なお、より好ましい切換時点は、この発明を繰り返して実施することにより経験的に見出すことができる。低速攪拌に切換えることにより、攪拌の終点の検出のタイムスケールが長くなつて、このために上記検出を時間的余裕をもつて行なうことができ、過攪拌の生じる可能性を少なくすることができ、また終点でスイッチを切ると回転羽根の回転が短

⑨

以下、実施例および比較例により、この発明を一層詳細に説明する。

#### 実施例1

混合槽の内壁温度を150℃に設定した200Lの容量のヘンシェルミキサー(三井三池製作所製)に、平均直径約3mmのポリ-4-メチルペンテン-1粒子(三井石油化学社製の商品名「TPX MX001」)40kgと、可塑剤としてのライオン油脂社製 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー(商品名「リポループ40」)、平均分子量:570、Br価:0.5)2.5kgとを投入し、約5分間、回転羽根の回転数1,500r.p.m.(周速:20m/分)にて高速攪拌した。この攪拌の後、混合槽の底には上記可塑剤の溜りはなく、粒子表面は可塑剤で濡れて光沢を有することを確認し、難燃剤としてのデクロランプラス(Hooker Chem.社製)12kgと三酸化アンチモン6kgとを投入し、さらに、1,500r.p.m.の回転数にて攪拌した。この高速攪拌10分後、負荷電流が90Aから徐々に上昇し始めた。ひき続き攪拌を続けて130Aに達したとき、回転羽根の回

⑩

時間で停止する。

このように、この発明の実施により製造したポリオレフィン組成物は、そのまま通常の加工方法、たとえば押出成形機による押出加工等に移してもよいが、好ましくは、適当な混練機にて熔融状態にもたらし軽く混練し、ペレット、シート等の形状に加工したうえ、成形加工に付すようにしたほうがよい。このように混練工程を経ることにより、一層成形加工性の優れた組成物となる。なお、ポリオレフィンとして高融点のもの、たとえばポリ-4-メチルペンテン-1を用いた組成物の場合、熔融状態で長時間混合すると酸化劣化、熱劣化の問題が生じる場合があるので、酸素のない状態で効率よく混練できる混練機、たとえば、1軸型として、Transfer Mixer(Uni Royal製、米)、Ko Kneater(Buss製、スイス)、KCK(川田製作所製)、2軸型として、DSM(Krauss-Maffei製、西独)、ZSK(Werner製、西独)、TEM(東芝機械製)、PCM(池貝鉄工製)、FCM(神戸製鋼製)、CIM(日本製鋼製)、などが有利に用いられる。

⑪

転数を300r.p.m.とした。回転数をこのように低下させたとき負荷電流は70Aとなつたが、攪拌により再び負荷電流が上昇し始め、80Aに達した時点で攪拌を終えた。このようにして、可塑剤と難燃剤とを含むサラサラ状のポリ-4-メチルペンテン-1粒子が得られた。混合全所要時間は約16分であつた。

#### 実施例2

デクロランプラス12kgに代つて、デカプロモジフェニルオキシド12kgと、三酸化アンチモン6kg、および老化防止剤としてペンタエリスリチル-テトラキス[3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]1.2kgとを用いたほかは、実施例1とほぼ同様の製造を行なつた。混合全所要時間約20分にて上記3成分を配合したポリ-4-メチルペンテン-1粒子を得た。

#### 実施例3

デクロランプラス12kgに代つて、デカプロモジフェニルオキシド12kgと、三酸化アンチモ

⑫

ン6kg、ペンタエリスリチル-テトラキス〔3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕1.2kg、および銅害防止剤として3-(N-サリチロイル)アミノ-1,2,4-トリアゾール1.2kgとを用いたほかは、実施例1とほぼ同様の製造を行なった。混合全所要時間約17分にて上記4成分を配合したポリ-4-メチルペンテン-1粒子を得た。

#### 比較例

実施例1で用いたヘンシエルミキサーの混合槽内壁温度を150℃に設定し、該槽に実施例1で用いたものと同じポリ-4-メチルペンテン-1, 40kg、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマー2.5kg、およびデカプロモジフェニルオキシサイド12kgと三酸化アンチモン6kgを一度に投入し、1,500 r.p.m.にて高速撹拌した。撹拌開始から約10分後に見かけ上乾燥した状態の混合物が得られた。しかしながら、この混合物は、上記4成分の混合物ではなく、 $\alpha$ -オレフィンオリゴマーとデカプロモジフェニルオキシサイドと三酸化アンチモンとが混合

四

した塊りと、ポリ-4-メチルペンテン-1にかわずかの $\alpha$ -オレフィンオリゴマーが付着したものが同居したものに過ぎない。

下記の付表には、各実施例と比較例とでそれぞれ得られたポリ-4-メチルペンテン-1組成物を、混練押出機(川田製作所製, K.C.K.使用)を用いて、250℃で混練押出し、押出直後ペレットタイジングし、平均直径約4mmのペレットを得た。次いで、このペレットを $L/D=20$ の押出機で、押出温度270℃にて、0.8mmの銅線上に0.4mmの絶縁厚で押出被覆した場合の被覆層の外観、伸びを示す。同付表より、各実施例で得た組成物は押出加工性に優れていることが理解されよう。

付表

試料 項目	実施例1 の組成物	実施例2 の組成物	実施例3 の組成物	比較例 の組成物
外観	平滑	平滑	平滑	ザラザラ
伸び(%)	400	420	420	290

四

#### 実施例5

実施例1で用いたヘンシエルミキサーの混合槽内壁温度を120℃に設定し、そこにポリプロピレン(平均粒径約3mm)40kgと、実施例1で使用した $\alpha$ -オレフィンオリゴマー2.5kgとを投入し、約5分間、1,500 r.p.m.にて高速撹拌した。次いで、デカプロモジフェニルオキシサイド12kgと、三酸化アンチモン6kgとを投入し、1,500 r.p.m.にて、約11分高速撹拌してポリプロピレン組成物を得た。

特許出願人 大日本電線株式会社  
代理人 弁理士 深見久郎

四